

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

19 FEDERAL REPUBLIC
OF GERMANY

GERMAN PATENT AND
TRADEMARK OFFICE

12 Unexamined German Application

11 DE 37 13 326 A1

21 Application number: P 37 13 326.8

22 Date of application: 4/21/87

43 Publication date: 10/29/87

51 International patent cl.⁴
B01 J 2/00

A 01 N 25/12

01 N 43/58

/(A01N 25/12, 43:50)

A01N 47:12, 43:76,

37:34, 37:32, 59:00,

43:88, 47:26, 43:58,

47:30, 37:22, 43:42,

47:10, 29:02

30 Internal priority: 32 33 31
4/25/86 DE 36 14 037.6

71 Applicant:
BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

72 Inventor:
Wigger, August, Dr., 6708 Neuhofen, DE, Jäger, Karl-
Friedrich, Dr., 6703 Limburgerhof, DE

54 Spray-dried agent granulate, and a procedure to manufacture it

Water-soluble or water-dispersable agent granulates, especially for pesticides, are obtained by spray-drying preferably aqueous agent concentrates containing auxiliary agents that also contain a slight amount of ammonium bicarbonate or nitrite.

Patent Claims

1. A procedure to produce water-dispersable agent granulates, especially for pesticides, by spray drying preferably aqueous concentrates of active ingredients containing auxiliary agents (ammonium carbonate or nitrite), characterized in that the amount of ammonium carbonate or nitrite is less than 2 weight percent.
2. A procedure according to claim 1, characterized in that the amount of ammonium carbonate or nitrite is 1 weight percent or less.
3. A procedure according to claim 1, characterized in that the air temperature is 120 to 220⁰C at the drier inlet.
4. A procedure according to claim 1, used for the production of granulates containing chloridazon.
5. Procedure according to claim 1, characterized in that the amount water in the concentrate of active ingredients is not more than 75 weight % in reference to the overall amount.
6. An agent granulate essentially consisting of hollow¹ spheres obtainable according to the procedure in claims 1 to 5.

Description

The invention concerns solid pesticide preparations that are easily dispersed in water in the form of granulates.

Both solid and liquid agent preparations (formulations) are used in agriculture. Spray mixtures are made from the formulations and water. The type of formulation depends on the physical properties of the relevant agent.

Frequently, wettable powders (WP) are used, i.e., powders dispersable in water. The powders are stirred into water by the user, and the formation of clumps is prevented by making a paste beforehand. For the powder to be sufficiently suspendable, they must be particularly fine-grained (particle size of 5:μm). This usually produces unpleasant dust during use, and the powders are difficult to pour so that not all the contents leave the container, and the powder is difficult to dose.

Frequently, high-concentration suspensions (suspension concentrate, SC, or flowables) are offered as liquid formulations. These formulations are easier to use than spray mixtures, but they have sedimentation problems over a long period of storage, and it can be difficult to dispose of the empty liquid containers.

Granulates with more-or-less coarse grains have favorable application properties, i.e. no dust, easy to package, and easy to dispense. They must dissolve or disperse completely and quickly in water so that the sprayer mixture does not plug the distribution system to the sprayer.

¹Translator's note: Kohlkugel- literally coal spheres or cabbage spheres; probably a misspelling (Hohlkugel=hollow spheres).

It is prior art to create water-dispersable granulates by mixing and rolling the material to be granulated in corresponding devices while adding slight amounts of liquid (water, or water plus organic solvents).

Another procedure is to add enough granulating liquid to the material to be granulated in a granulating drum to exceed the equilibrium moisture content of the material, and then dry the obtained product back down to or below the equilibrium moisture.

It is prior art to produce water-dispersable granulates by making tablets out of powder mixtures, or by pressing powder mixtures. The process of extruding moistened powder pastes and then drying them can also be used to produce water-dispersable granulates. In addition, the production of water-dispersable granulates using fluid bed procedures has been described. The finely pulverized material is sprayed with an aqueous solution that contains a binder.

Finally, spray drying aqueous preparations of active ingredients (using suitable auxiliary materials) is an advantageous method of transforming even large amounts of active materials into a fine granulates. B. K. Masters, Spray Drying Handbook, 4th edition, London, 1985 provides an overview with detailed information on the technology of this method.

A disadvantage of all the prior-art procedures is that they are generally difficult to control because of the many parameters involved in the production process. In many cases, the materials are too loose, their bulk weight is too low, and their packing volume is therefore comparatively large. In addition, granulates also tend to form dust and are frequently difficult to disperse or dissolve in aqueous media since they are less dense than water. It is also a problem that there the granulate size frequently varies widely.

DE A 1932 583 discloses the production of pharmaceutical, temperature-sensitive agents in the form of powders from aqueous concentrates that contain ammonium salts, especially ammonium bicarbonate.

The attempt to transfer this procedure to the creation of pesticide granulates has, however, shown that it cannot be done with the cited, small amounts of ammonium salts because, as indicated in DE A 19 32 583, to fine powders are obtained instead of the desired, low-dust spheres.

In addition, it has been shown that the effort involved in the spray-drying process increases substantially when more than approximately 1-2% bicarbonate is used since corresponding quantities of ammonia must be removed from the drier exhaust.

The invention is therefore based on the problem of producing dispersable granulates of active ingredients for pesticides by spray-drying preferably aqueous concentrates of active ingredients containing auxiliary materials that form bulk materials with a uniform particle size, i.e. narrow range of particle size distribution, do not decompose during shipping and hence later form dust, and that quickly and evenly dissolve without the formation of clumps when the spray mixture is created.

The problem is solved according to the invention when less than 2 weight percent (in reference to the ammonium hydrogen carbonate concentrate (ammonium bicarbonate, ABC) or ammonium nitrite) is added to the active ingredient concentrate. The type and quantity of auxiliary materials also helps produce favorable

results. It is particularly favorable to add aqueous preparations of the active ingredient to the spray-drying process that contain at least 10 weight percent (in reference to the active ingredient) of lignin sulfate as an auxiliary material beyond the added ammonium bicarbonate or nitrite according to the invention. The lignin sulfate is preferably high-molecular with a degree of sulphonation (moles sulphonic acid per moles phenol) below 0.8 and a preferably 0.3 to 0.5. To this can be obtained by partially desulphonating the product that arises when producing e.g. sulfite cellulose.

The effectiveness of the invention is revealed the granulates produced with a slight amount of ammonium bicarbonate or nitrite are markedly spherical with a rather uniform particle size and are completely dust-free in contrast to the granulates spheres obtained without ammonium bicarbonate or nitrite that are relatively small, have a bad side, are collapsed or polyhedral, or the amorphous powder that arises when too much bicarbonate is added.

The disintegration in aqueous media of the granulates manufactured according to the invention is surprisingly superior. The granulates decomposed quickly and almost completely while forming a fine dispersion.

The granulate only contains a slight amount of ammonium salts as can be easily seen in contrast, for example, to effervescent tablets. Similar to the prior-art procedure of making baked goods with baking powder, the ammonium salts decompose with little residue when heated. It is assumed that the granules that have a smooth exterior surface have a porous interior from expansion.

The aqueous concentrates according to the invention for spray drying contain less than 1 weight percent ammonium bicarbonate or nitrite (for practical purposes, approximately 0.3 to 0.7 weight percent).

Typical active ingredient concentrates contain up to 75 weight percent water, up to 50 weight percent active ingredient, and up to 30 weight percent of a salt of lignin sulfonic acid.

Typical concentrates have, for example, the following composition:

5 – 50 weight percent active ingredient,

0.5 – 30 weight percent lignin sulfate,

10 – 75 weight percent water,

0.1 – 1 weight percent ammonium bicarbonate,

whereby the above figures form 100 weight percent of the concentrate.

The concentrates can also contain fillers, extenders, or carriers, non-volatile diluents, dyes, binders and other common auxiliary materials without influencing the above composition.

Suitable active ingredients according to the invention are those insecticides, fungicides, herbicides, growth regulators and fertilizers that are suitable for spray drying by themselves or together with carriers or other

auxiliary materials. The active ingredients can also be substances that are liquid or low-melting, but they are preferably solids that melt above 100°C.

For example to the following agents can be used:

1. Fungicides

- 2-methoxycarbonylaminobenzimidazole
- Zinc-[N,N'-ethylene-bis(dithiocarbamate)]
- 3-[3,5-dichlorophenyl]-5-methyl-5-vinyl-1,3-oxazolidin-2,4-dione
- 2,4,5,6-tetrachloroisophthalodinitrile
- N-trichloromethylthiotetrahydrophthalimide
- Sulfur
- 1,2-bis-(3-ethoxycarbonyl-2-thioureido)-benzene
- Tetramethylthiuramdisulfide
- 1-[2-(2,4-dichlorophenyl)-2-(2-propenyloxy)-ethyl]-1H-imidazole
- 2,4-dichloro-6-(2-chloroaniline)-1,3,5-triazine

2. Herbicides

- 3-isopropyl-(1H)-benzo-2,1,3-thiadiazin-4-one-2,2-dioxide
- 3,5-dibromo-4-hydroxybenzonitrile
- 5-amino-4-chloro-2-phenyl(2H)-pyridazinone
- 2-chloro-4-methylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazine
- 2-trifluoromethyl-4,5-dichlorobenzimidazole
- N(4-chlorophenyl)-N'-methyl-N'-butin-1-yl-3-urea
- N-methoxymethyl-4-chloroacet-2,6-diethylanilide
- 3-amino-2,5-dichlorobenzoic acid
- N-(3,4-dichlorophenyl)-N'-methoxy-N'-methyl urea
- 3-cyclohexyl-5,6-trimethylene uracil
- 3,7-dichloro-8-quinoline carboxylic acid
- 7-chloro-3-methyl-8-quinoline carboxylic acid

3. Insecticides

- 1,2,3,4,10,10-hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-(endo-exo)-5,8-dimethanonaphthalene
- 1,2,3,4,5,6,7,8-octachloro-3a,4,7a-tetrahydro-4,7-methanophthalane
- 6-chloro-3,4-xylol-N-methyl carbamate
- 1-naphthyl-N-methyl carbamate
- 4-benzothienyl-N-methyl carbamate
- 2,2-dimethyl-1,3-benzodioxol-4-yl-N-methyl carbamate
- 4-chlorophenyl-2,4,5-trichlorophenylsulphone
- 4-chlorophenyl-2,4,5-trichlorophenylazosulfide
- 2-(p-tert.-butylphenoxy)-1-methylethyl-2-chloroethylsulfite
- 6-methylquinoxalin-2,3-dithiocarbonate.

Example

65 part by weight chloridazon, 2 parts by weight alkylarylsulfonate, 2 parts by weight ammonium hydrogen carbonate, and 30 parts by weight sodium lignin sulfonic acid are mixed, dispersed in the equivalent amount of water, and the arising suspension is pulverized with a mixer ball mill. After being dried in a spray tower with the drying air 180 degrees centigrade at the inlet...²

This produced a favorable suspendability of over 80% in water, and the spray mixture is easily applied with a sprayer.

Comparison

The same procedure is used as above, however the ammonium hydrogen carbonate is not added. The suspendability is clearly less than 80% when measured under the same conditions. When the sprayer is filled directly afterwards, i.e. with an unfiltered spray mixture, the filter insert becomes plugged which prevents the spray liquid from being evenly distributed.

²Translator's note: text cut off in original.

①⑨ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 37 13326 A1**

⑳ Aktenzeichen: P 37 13 326.8

㉑ Anmeldetag: 21. 4. 87

㉒ Offenlegungstag: 29. 10. 87

⑤① Int. Cl. 4:

B01J 2/00

A 01 N 25/12

A 01 N 43/58

// (A01N 25/12,
43:50)A01N 47:12,
43:76,37:34,37:32,
59:00,43:68,47:34,
43:88,47:26,43:58,
47:30,37:22,43:42,
47:10,29:02

Behördeneigentum

DE 37 13326 A1

③⑩ Innere Priorität: ③② ③③ ③①

25.04.86 DE 36 14 037.6

⑦① Anmelder:

BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

⑦② Erfinder:

Wigger, August, Dr., 6708 Neuhofen, DE; Jäger,
Karl-Friedrich, Dr., 6703 Limburgerhof, DE

⑤④ **Sprühgetrocknete Wirkstoffgranulate und Verfahren zu ihrer Herstellung**

Wasserlösliche oder wasserdispergierbare Wirkstoffgranulate, insbesondere für Zwecke des Pflanzenschutzes, erhält man durch Sprühtrocknen von vorzugsweise wäßrigen, hilfsmittelhaltigen Wirkstoffkonzentraten, die außerdem eine geringe Menge Ammoniumbicarbonat oder -nitrit enthalten.

DE 37 13326 A1

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von wasserdispergierbaren Wirkstoffgranulaten, insbesondere für Zwecke des Pflanzenschutzes, durch Sprühtrocknen von vorzugsweise wäßrigen, hilfsmittelhaltigen Wirkstoffkonzentraten, die als Hilfsmittel Ammoniumcarbonat oder -nitrit enthalten, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Gehalt an Ammoniumcarbonat bzw. -nitrit weniger als 2 Gew.% beträgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Gehalt an Ammoniumcarbonat oder -nitrit 1 Gew.% oder weniger beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Lufttemperatur 120 bis 220°C am Trocknereingang beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, angewendet auf die Herstellung von Chloridazon enthaltenden Granulaten.
5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Wirkstoffkonzentrat einen Wassergehalt, bezogen auf die Gesamtmenge, von nicht mehr als 75 Gew.% aufweist.
6. Im wesentlichen aus Kohlkugeln bestehendes Wirkstoffgranulat, erhältlich nach einem der Verfahren der Ansprüche 1 bis 5.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft feste, in Wasser leicht dispergierbare Pflanzenschutzmittelzubereitungen in Form von Granulaten.

Zur landwirtschaftlichen Anwendung werden sowohl feste als auch flüssige Wirkstoffzubereitungen (Formulierungen) angeboten. Aus den Formulierungen werden zusammen mit Wasser Spritzbrühen bereitete. Die Art der Formulierung richtet sich in erster Linie nach den physikalischen Eigenschaften der betreffenden Wirkstoffe.

Vielfach werden sog. "wetable powder" (WP), also mit Wasser dispergierbare Pulver angeboten. Das Pulver wird vom Anwender in Wasser eingerührt, wobei eine Klumpenbildung durch vorheriges Anteigen verhindert werden soll. Um eine ausreichende Schwebefähigkeit zu erzielen, müssen solche Pulver sehr feinkörnig sein (Teilchengröße um 5 µm). Dies führt bei der Anwendung meist zu unangenehmem Staubaufall und zu schlechten Fließeigenschaften, die eine unvollständige Entleerung der Behälter und eine schlechte Dosierung des Pulver zur Folge haben.

Deshalb werden häufig hochkonzentrierte Suspensionen ("suspension concentrate", SC oder auch "flowable") als flüssige Formulierungen angeboten. Diese Formulierungen lassen sich zwar leichter zu Spritzbrühen verarbeiten, haben aber bei langen Lagerzeiten Sedimentationsprobleme und die leeren Flüssigkeitsbehälter sind nicht ohne Probleme zu beseitigen.

Gute Anwendungseigenschaften — d. h. kein Staub, leichte Verpackung, gute Dosierbarkeit — haben mehr oder minder grobkörnige Granulate, die sich rasch und vollständig in Wasser auflösen bzw. dispergieren lassen müssen, damit die Spritzbrühe die Verteilersysteme des Spritzgeräts nicht verstopft.

Es ist bekannt, daß wasserdispergierbare Granulate (WG) durch mischende und rollende Bewegung des zu granulierenden Materials in entsprechenden Apparaturen unter gleichzeitiger Zugabe geringer Mengen an Flüssigkeit (Wasser bzw. Wasser und organische Lö-

sungsmittel) gebildet werden.

Ein anderes Verfahren ist, dem zu granulierenden Material in einer Granuliertrommel soviel Granulierflüssigkeit zuzugeben, daß die Gleichgewichtsfeuchte dieses Materials überschritten wird, und anschließend das erhaltene Produkt wieder bis auf oder unter die Gleichgewichtsfeuchte herunterzutrocknen.

Bekannt ist die Herstellung von wasserdispergierbaren Granulaten durch Tablettierung von Pulvermischungen oder durch Pressen von Pulvermischungen. Das Extrudieren angefeuchteter Pulvermassen mit nachfolgender Trocknung kann ebenfalls zur Herstellung wasserdispergierbarer Granulate angewendet werden. Außerdem wurde bereits die Herstellung von wasserdispergierbaren Granulaten nach dem Wirbelschichtverfahren beschrieben. Hierbei wird das fein zerteilte Material mit einer wäßrigen Lösung besprüht, die ein Bindemittel enthält.

Schließlich ist die Sprühtrocknung von wäßrigen Zubereitungen von Wirkstoffen (unter Mitverwendung geeigneter Hilfsmittel) eine vorteilhafte Methode, auch große Mengen von Wirkstoffen in feinteilige Granulate zu überführen. Ein Überblick mit ausführlichen Angaben zur Technologie dieser Methode ist z. B. K. Masters, Spray Drying Handbook, 4. Aufl., London, 1985 zu entnehmen.

Nachteilig an allen bekannten Verfahren ist, daß sie im allgemeinen schwierig zu steuern sind, da viele Parameter bei der Herstellung zu beachten sind. Man erhält in vielen Fällen zu lockere Materialien, deren Schüttgewicht gering ist und die deshalb ein verhältnismäßig großes Packvolumen besitzen. Darüber hinaus neigen auch Granulate zur Staubbildung und lassen sich nicht immer ohne Schwierigkeiten in wäßrigem Medium dispergieren oder lösen, da ihre Dichte niedriger ist als diejenige des Wassers. Ungünstig ist auch, daß die Granulate häufig ein sehr breites Korngrößenspektrum besitzen.

Nun ist es aus der DE-A-19 32 583 bekannt, pharmazeutische, temperaturempfindliche Wirkstoffe in Form von Pulvern aus wäßrigen Konzentraten zu gewinnen, die Ammoniumsalze, insbesondere Ammoniumbicarbonat enthalten.

Der Versuch, dieses Verfahren auf die Herstellung von Pflanzenschutzmittel-Granulaten zu übertragen, hat jedoch ergeben, daß mit den angegebenen, an sich schon geringen Mengen an Ammoniumsalzen das Verfahren nicht ausführbar ist, weil, wie die DE-A-19 32 583 auch angibt, feinteilige Pulver anstelle der gewünschten, staubarmen Kugeln erhalten werden.

Außerdem hat sich gezeigt, daß der technische Aufwand bei der Sprühtrocknung bereits erheblich zunimmt, wenn mehr als etwa 1 bis 2% Bicarbonat verwendet wird, da in diesem Fall entsprechende Ammoniakmengen aus der Trockner-Abluft entfernt werden müssen.

Die Erfindung hat sich die Aufgabe gestellt, dispergierbare Wirkstoffgranulate für die Zwecke des Pflanzenschutzes durch Sprühtrocknen von vorzugsweise wäßrigen, hilfsmittelhaltigen Wirkstoffkonzentraten herzustellen, die bei gleichmäßiger Korngröße, also enger Korngrößenverteilung dichte, beim Versand nicht zerfallende und somit auch später nicht staubende Massen darstellen und sich bei der Herstellung der Spritzbrühe gleichmäßig, schnell und ohne Klumpenbildung auflösen.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß dem Wirkstoffkonzentrat weniger als 2 Gew.% be-

zogen auf das Konzentrat Ammoniumhydrogencarbonat (Ammoniumbicarbonat, ABC) oder Ammoniumnitrit zugesetzt wird. Für die Erzielung eines guten Ergebnisses ist weiterhin Art und Menge der Hilfsstoffe von Einfluß. Als besonders günstig hat sich erwiesen, wäßrige Zubereitungen des Wirkstoffs der Sprühtrocknung zuzuführen, die neben dem erfindungsgemäßen Zusatz von Ammoniumbicarbonat oder -nitrit als Hilfsmittel mindestens 10 Gew.%, bezogen auf den Wirkstoff, eines Ligninsulfonats enthalten. Bevorzugt sind Ligninsulfonsäurequalitäten, die möglichst hochmolekular sind und einen Sulfonierungsgrad (mol Einheiten Sulfonsäure je Grundmol Einheiten Phenol) von unter etwa 0,8, bevorzugt 0,3 bis 0,5 aufweisen. Sie können aus dem Produkt, das bei der Gewinnung z. B. von Sulficellulose anfällt, durch teilweises Desulfonieren erhalten werden.

Die Wirkung der Erfindung zeigt sich darin, daß zum Unterschied von den ohne Ammoniumbicarbonat bzw. -nitrit hergestellten relativ kleinen, einseitig oder einge-fallenen oder polyedrisch begrenzten Granulatkügelchen oder dem amorphen Pulver, das bei Zusatz von zuviel Bicarbonat erhalten wird, die mit wenig Ammoniumbicarbonat oder -nitrit hergestellten eine ausgeprägte Kugelgestalt haben und in ziemlich einheitlicher Partikelgröße und völlig staubfrei anfallen.

Die erfindungsgemäß hergestellten Granulate zeigen überraschenderweise ein hervorragendes Desintegrationsverhalten in wäßrigem Medium. Die Granulate zerfielen innerhalb kurzer Zeit praktisch vollständig unter Bildung einer feinteiligen Dispersion.

Die Granulate selbst enthalten übrigens, wie man leicht sieht, im Gegensatz etwa zu Brausetabletten, nur noch geringe Mengen an Ammoniumsalz, da dieses ähnlich dem bekannten Vorgang bei der Herstellung von Backwaren mittels Backpulver während des Erhitzens ohne größere Rückstände zerfällt. Es wird angenommen, daß die Granulate, die äußerlich eine glatte Oberfläche aufweisen, durch Aufblähung innerlich porös sind.

Die erfindungsgemäß für die Sprühtrocknung bestimmten wäßrigen Konzentrate enthalten i. a. weniger als 1, für praktische Zwecke etwa 0,3 bis 0,7 Gew.% Ammoniumbicarbonat oder -nitrit.

Typische Wirkstoffkonzentrate enthalten i. a. bis zu 75 Gew.% Wasser, bis zu 50 Gew.% Wirkstoff und bis zu 30 Gew.% eines Salzes einer Ligninsulfosäure.

Typische Konzentrate haben beispielsweise folgende Zusammensetzung:

5 bis 50 Gew.% Wirkstoff,
0,5 bis 30 Gew.% Ligninsulfonat,
10 bis 75 Gew.% Wasser,
0,1 bis 1 Gew.% Ammoniumbicarbonat,
wobei sich die vorstehenden Angaben jeweils zu 100 Gew.% für das Konzentrat ergänzen.

Sie können ferner ohne Anrechnung auf diese Zusammensetzung noch Füll-, Streck- oder Trägerstoffe, Verdünnungsmittel nichtflüchtiger Art, Farbstoffe, Bindemittel und andere übliche Hilfsstoffe enthalten.

Als Wirkstoffe i. S. der Erfindung eignen sich solche Insektizide, Fungizide, Herbizide, Wachstumsregulatoren, Düngestoffe, die der Sprühtrocknung zugänglich sind, sei es für sich oder in Verbindung mit Träger- oder anderen Hilfsstoffen. Es kann sich evtl. um flüssige oder niedrigschmelzende, bevorzugt aber um feste, bei einer Temperatur oberhalb von 100°C schmelzende Stoffe handeln.

Beispielsweise kommen folgende Wirkstoffe in Betracht:

1. Fungizide

- 2-Methoxycarbonylamino-benzimidazol
- Zink-[N,N'-ethylen-bis(dithiocarbamat)]
- 3-(3,5-Dichlorphenyl)-5-methyl-5-vinyl-1,3-oxazolidin-2,4-dion
- 2,4,5,6-Tetrachloro-isophthalo-dinitril
- N-Trichloromethylthio-tetrahydrophthalimid
- Schwefel
- 1,2-Bis-(3-ethoxycarbonyl-2-thioureido)-benzol
- Tetramethyl-thiuramidisulfid
- 1-[2-(2,4-Dichlorphenyl)-2-(2-propenyl-oxy)-ethyl]-1H-imidazol
- 2,4-Dichlor-6-(2-chloranilin)-1,3,5-triazin

2. Herbizide

- 3-Isopropyl-(1H)-benzo-2,1,3-thiadiazin-4-on-2,2-dioxid
- 3,5-Dibrom-4-hydroxybenzonitril
- 5-Amino-4-chlor-2-phenyl(2H)-pyridazinon
- 2-Chlor-4-methylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazin
- 2-Trifluormethyl-4,5-dichlor-benzimidazol
- N(4-Chlorphenyl)-N'-methyl-N'-butin-1-yl-3-harnstoff
- N-Methoxymethyl- α -chloracet-2,6-diethyl-anilid
- 3-Amino-2,5-dichlor-benzoesäure
- N-(3,4-Dichlor-phenyl)-N'-methoxy-N'-methylharnstoff
- 3-Cyclohexyl-5,6-trimethylen-uracil
- 3,7-Dichlor-8-chinolin-carbonsäure
- 7-Chlor-3-methyl-8-chinolin-carbonsäure

3. Insektizide

- 1,2,3,4-10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-(endo-exo)-5,8-dimethanonaphthalin
- 1,2,3,4,5,6,7,8,8-Octachlor-3a,4,7a-tetrahydro-4,7-methano-phthalan
- 6-Chlor-3,4-xylyl-N-methylcarbamat
- 1-Naphthyl-N-methylcarbamat
- 4-Benzothienyl-N-methylcarbamat
- 2,2-Dimethyl-1,3-benzodioxol-4-yl-N-methylcarbamat
- 4-Chlorphenyl-2,4,5-trichlorphenyl-sulphon
- 4-Chlorphenyl-2,4,5-trichlorphenyl-azosulfid
- 2-(p-tert-Butyl-phenoxy)-1-methylethyl-2-chlorethyl-sulfit
- 6-Methyl-chinoxalin-2,3-dithio-carbonat.

Besonders bewährt i. S. der Erfindung hat sich das Verfahren zur Herstellung von Granulaten, die das Herbizid Chloridazon enthalten, wie das nachstehende Beispiel zeigt.

Beispiel

65 Gew.-Teile Chloridazon, 2 Gew.-Teile Alkylarylsulfonat, 2 Gew.-Teile Ammoniumhydrogencarbonat und 30 Gew.-Teile Na-Ligninsulfonsäure werden gemischt, in der gleichen Menge Wasser dispergiert und die entstehende Suspension mit einer Rührwerkskugelmühle zerkleinert. Nach der Trocknung im Sprühturm bei 180°C Eingangstemperatur der Trocknungsluft entstehen Granulate, die schnell und vollständig dispergieren.

ren. Daher resultiert eine gute Schwebefähigkeit von über 80% in Wasser und die Spritzbrühe kann problemlos mittels Spritzgerät ausgebracht werden.

Vergleich

5

Verfährt man, wie vorstehend angegeben, unterläßt jedoch den Zusatz von Ammoniumhydrogencarbonat, so beträgt die unter gleichen Bedingungen gemessene Schwebefähigkeit deutlich weniger als 80%. Bei unmittelbarer Befüllung des Spritzgeräts, d. h. mit nicht filtrierter Spritzbrühe treten bereits nach kurzer Zeit Störungen durch Verstopfen des Siebeinsatzes ein. Hierdurch wird verhindert, daß die Spritzflüssigkeit gleichmäßig verteilt werden kann.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65